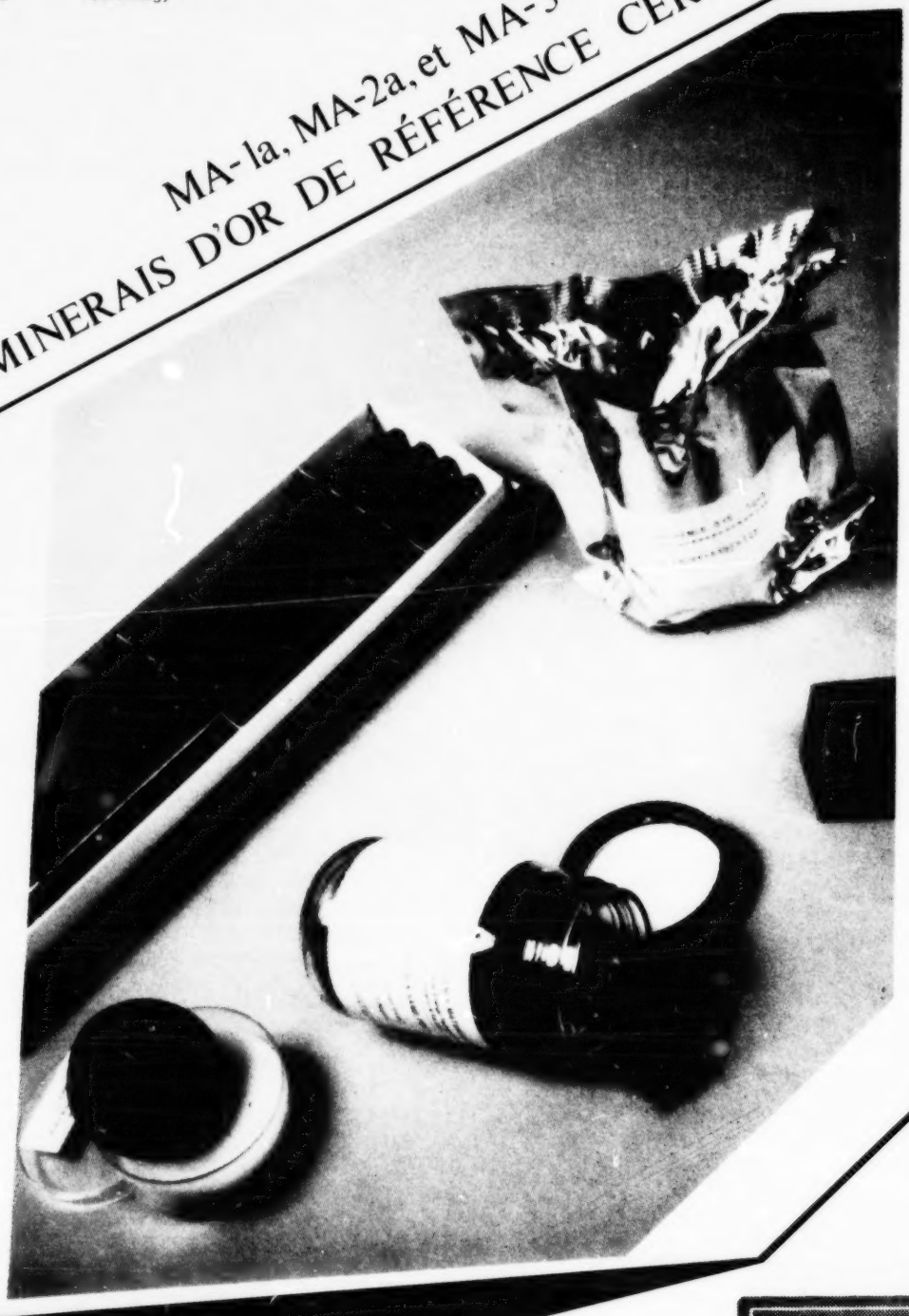
Energie, Mines et Ressources Canada
Energy, Mines and Resources Canada

CANMET

Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie
Canada Centre for Mineral and Energy Technology

MA-1a, MA-2a, et MA-3: MINERAIS D'OR DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS



CANADIAN CERTIFIED REFERENCE MATERIALS PROJECT

CCRMP 86-1F

88-01543/

MA-1a, MA-2a, et MA-3:
MINERAIS D'OR DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS

C.W. SMITH, H.F. STEGER et W.S. BOWMAN

PROGRAMME DE RECHERCHE SUR LES MINÉRAUX
LABORATOIRE DES SCIENCES MINÉRALES

CCRMP 86-1F

MICROMEDIA

31 pp

JUIN 1986

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1987

En vente au Canada par l'entremise des

Librairies associées
et autres libraires

ou par la poste auprès du

Centre d'édition du gouvernement du Canada
Approvisionnements et Services Canada
Ottawa (Canada) K1A 0S9

N° de catalogue M38-19/86-1F au Canada: 3,50 $

ISBN 0-660-92201-0 à l'étranger: 4,20 $

Prix sujet à changement sans préavis

MA-1a, MA-2a, et MA-3:
MINERAIS D'OR DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS

C.W. Smith*, H.F. Steger* et W.S. Bowman**

RÉSUMÉ

Des échantillons d'un minerai d'or aux teneurs élevée et faible provenant de Kirkland Lake en Ontario, ont été préparés comme matériaux de référence de composition. Les matériaux ont été broyés jusqu'à moins 74 µm, mélangés en un lot et embouteillés en unités de 200 g pour le matériau à teneur élevée (MA-1a) et en unités de 400 g pour le matériau à faible teneur (MA-2a). Un troisième matériau de concentration intermédiaire d'or a été préparé en mélangeant des portions fractionnées de MA-1a et de MA-2a en un lot et embouteillé en unités de 200 g. L'homogénéité de l'or dans chaque matériau a été confirmée dans deux laboratoires par des méthodes d'absorption atomique, gravimétriques et d'activation neutronique, suivant des préconcentrations obtenues par des essais pyrognostiques.

Dans le cadre d'un programme analytique à "libre choix", 18 laboratoires ont fourni des résultats pour l'or contenu dans chacune des bouteilles de MA-1a, MA-2a et MA-3. Suite à une analyse statistique des données, les valeurs recommandées suivantes ont été assignées pour l'or: 21,4 µg/g (0,624 oz/tonne), 1,39 µg/g (0,0404 oz/tonne), et 7,49 µg/g (0,218 oz/tonne) pour MA-1a, MA-2a, et MA-3 respectivement. Des valeurs pour l'argent et les principaux constituants obtenues par un des laboratoires, sont fournies à titre d'information.

---

*Chercheurs scientifiques, et **Technologiste, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

MA-1a, MA-2a, and MA-3: CERTIFIED GOLD REFERENCE ORES

C.W. Smith*, H.F. Steger*, and W.S. Bowman**

SYNOPSIS

Samples of high- and low-grade gold ore from Kirkland Lake, Ontario were prepared as compositional reference materials. The materials were each ground to minus 74 µm, blended in one lot, then bottled in 200-g units for the high-grade material (MA-1a) and 400-g units for the low-grade (MA-2a). A third material of intermediate gold concentration was prepared by blending fractional portions of MA-1a and MA-2a in one lot, and bottling the material in 200-g units. The homogeneity of the gold distribution in each material was confirmed in two laboratories by atomic absorption, gravimetric or neutron activation methods following fire-assay preconcentrations.

In a free-choice analytical program, 18 laboratories contributed results for gold in one bottle of each of MA-1a, MA-2a, and MA-3. Based on statistical analyses of the data, recommended values for gold of 21.4 µg/g (0.624 oz/ton), 1.39 µg/g (0.0404 oz/ton), and 7.49 µg/g (0.218 oz/ton) were assigned to MA-1a, MA-2a, and MA-3, respectively. Informational values for silver and major constituents obtained by one laboratory are also provided.

---

*Research Scientists and **Technologist, Mineral Sciences Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ i
SYNOPSIS iii
INTRODUCTION 1
NATURE ET PRÉPARATION 1
PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION 2
TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES 2
Détection des valeurs aberrantes 2
Estimation des valeurs reconnues et des limites de confiance de 95 % 4
Critères de certification 5
DISCUSSION 5
CONCLUSION 16
REMERCIEMENTS 16
BIBLIOGRAPHIE 16
ANNEXE A - ÉVALUATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ DE L'OR DANS MA-1a, MA-2a ET MA-3 17
ANNEXE B - LABORATOIRES PARTICIPANTS 23

TABLEAUX

1. Compositions chimiques approximatives de MA-1a, MA-2a et MA-3 3
2. Analyses granulométriques de MA-1a et MA-2a (tamisage par voie humide) 3
3. Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-1a 6
4. Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-2a 6
5. Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-3 6
6. Méthodologie analytique et valeurs moyennes de l'or obtenues par chaque méthode 8
7. Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans MA-1a .10
8. Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans MA-2a .11
9. Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans MA-3 ..12
A10. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-1a par CANMET: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique 19
A11. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-2a par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique et activation neutronique 20
A12. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-2a par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique 20
A13. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par CANMET: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique 21
A14. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/gravimétrie 21
A15. Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique 22

FIGURES

1. Déviations des valeurs moyennes des ensembles par rapport aux moyennes reconnues 13
2. Histogramme des résultats pour l'or dans MA-1a 14
3. Histogramme des résultats pour l'or dans MA-2a 14
4. Histogramme des résultats pour l'or dans MA-3 15

INTRODUCTION

La préparation, la caractérisation et la certification des minerais d'or MA-1a, MA-2a et MA-3 constituent d'autres contributions du Projet canadien des matériaux de référence certifiés (PCMRC) destiné à fournir des minerais, des concentrés et des produits connexes de référence de composition connue qui sont caractéristiques des gisements canadiens et qui ne peuvent en général être obtenus d'autres sources. Ces matériaux de référence sont produits à l'intention des laboratoires d'analyse où on effectue des travaux reliés à l'exploitation minière, à la métallurgie et aux sciences de la terre. Les autres matériaux de référence certifiés produits par le PCMRC sont décrits dans un catalogue disponible auprès du CANMET, Énergie, Mines et Ressources, Ottawa, Canada (1).

Les minerais MA-1a et MA-2a remplacent les matériaux de référence certifiés MA-1 et MA-2 du PCMRC dont les stocks s'épuisaient à la fin de l'année 1985, parce qu'ils étaient très recherchés comme minerais d'or de référence certifiés ayant une matrice siliceuse relativement simple comprenant principalement de l'or natif (2,3). Le minerai MA-3 a été préparé en mélangeant du MA-1a et du MA-2a pour constituer un minerai d'or de référence certifié à teneur d'or intermédiaire.

Un programme interlaboratoire a été réalisé au début de l'année 1985 pour obtenir les résultats des dosages des concentrations d'or de chaque matériau effectués par dix-huit laboratoires commerciaux, industriels et gouvernementaux qui ont utilisé des méthodes analytiques de leur choix. Ces résultats devraient par conséquent être indicatifs des plus récentes méthodes d'analyse du dosage de l'or.

NATURE ET PRÉPARATION

Les matériaux bruts pour MA-1a et MA-2a ont été donnés au PCMRC au mois d'août 1984 par Lac Minerals Ltd., Division de la Macassa et sont typiques des minerais d'or à teneurs forte et faible ("débris de roche") de la mine Macassa située à Kirkland Lake (Ontario). La géologie et la minéralogie de la mine Macassa en particulier et des mines de faille de Kirkland Lake en général ont été bien décrites dans un guide d'excursion sur le terrain publié par l'Institut canadien des mines et de la métallurgie (4,5). Le matériau de la catégorie minerai se trouve principalement sous forme de fractures et fissures remplies de quartz associées à des intrusions ignées (syénite augitique, syénite et porphyre syénitique), dans des formations hôtes constituées principalement par du conglomérat et du tuf. Ce minerai contient du quartz, des inclusions de roche encaissante, des carbonates, de petites quantités de sulfures, de tellurures et d'or natif. Le principal sulfure est la pyrite finement disséminée (∿2 % du minerai) alors que l'altaite (PbTe) et la calavérite ($AuTe_2$) constituent les principaux tellurures. La séricite et la chlorite se trouvent également dans le minerai.

L'étude minéralogique du matériau mère destiné à MA-1, faite au CANMET par diffraction par rayons-X et microsonde à électrons, a montré que la plus grande partie de l'or se trouvait à l'état d'électrum contenant environ 7 % d'argent à l'état d'inclusions dans le minerai de gangue et dont les diamètres des particules sont compris entre environ 1 et 400 µm. Cet électrum a été également trouvé dans la pyrite (diamètres 1-30 µm) et associé à l'altaite (diamètres 1-10 µm). La calavérite a été également détectée à l'état d'inclusions dans la pyrite. Les principaux minéraux de gangue observés étaient le quartz, le feldspath et la dolomie avec de petites quantités de muscovite, de chlorite et de pyrite. La chalcopyrite, la sphalérite, la mélonite et la magnétite ont été trouvées à l'état d'inclusions dans la pyrite. L'hématite a été observée à l'état d'inclusion de gangue.

Les matériaux mères pour MA-1a et MA-2a ont été séchés et broyés à sec au mois de mai 1985 jusqu'à ce qu'ils passent dans un tamis à mailles de 74 µm. Chaque minerai pulvérisé (384 kg et 279 kg respectivement) a été mélan-

gé par culbutage dans un mélangeur conique d'une capacité de 570 L pendant 20 h avant d'être embouteillé dans des flacons contenant respectivement 200 g et 400 g de matériau. Le MA-3 a été préparé en mélangeant 60,3 kg de MA-1a et 136,1 kg de MA-2a pendant 20 h avant de les embouteiller dans des flacons contenant 200 g de matériau.

En ce qui concerne la distribution de l'or, il a été constaté que chaque matériau était suffisamment homogène pour servir de matériau de référence. Les évaluations de l'homogénéité ont été effectuées par le CANMET (Laboratoire 13) et le laboratoire 17 sur des préconcentrations obtenues par des analyses pyrognostiques et absorption atomique, activation neutronique et analyse gravimétrique finale. Les résultats des confirmations de l'homogénéité sont décrits dans l'Annexe A.

Les compositions chimiques approximatives et les analyses granulométriques de MA-1a, MA-2a et MA-3 sont indiquées dans les tableaux 1 et 2.

PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION

Les laboratoires participant au programme de certification sont indiqués dans l'ordre alphabétique à l'Annexe B. Il a été assigné à chaque laboratoire un numéro de code n'ayant aucune relation avec cet ordre alphabétique.

Il a été demandé à chaque laboratoire de fournir les résultats de cinq analyses répétées pour l'or contenu dans un flacon de MA-1a, MA-2a et MA-3 faites par une méthode de leur choix et de communiquer les résultats sans les modifier. Plusieurs laboratoires ont communiqué des résultats obtenus par plus d'une méthode. Ces résultats ont été traités comme des ensembles indépendants pour l'analyse statistique des données. Un des laboratoires a fourni cinq résultats obtenus sur chacun des deux flacons de matériaux. Ces données ont été traitées comme un ensemble. Les dosages de l'or obtenus au cours des confirmations de l'homogénéité par le CANMET ont été inclus comme constituant un ensemble de données fournies par un laboratoire participant. Toutefois, pour éviter de biaiser les statistiques des valeurs reconnues, seules cinq des quarante-cinq valeurs obtenues pour chaque matériau ont été sélectionnées par un processus aléatoire.

Les valeurs recommandées pour l'or dans MA-1a, MA-2a et MA-3 obtenues par les analyses statistiques des résultats interlaboratoires sont indiquées dans les tableaux 3 à 5. Les valeurs sont indiquées en microgrammes par gramme et onces troy par tonne courte. Les conversions ont été faites en appliquant le facteur 34,2857 µg/g par once/tonne (6). L'information méthodologique et les valeurs communiquées sont données dans les tableaux 6 à 9.

TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES

DÉTECTION DES VALEURS ABERRANTES

Les résultats et les méthodes appliquées ont été étudiés pour détecter les valeurs aberrantes causées par des raisons méthodologiques ou statistiques. Les ensembles ou valeurs ainsi identifiés ont été exclus du calcul des valeurs recommandées et des paramètres statistiques connexes comme étant des membres improbables de l'univers statistique présumé du modèle.

Pour MA-1a, l'ensemble obtenu par analyse pyrognostique et spectrométrie d'absorption atomique par le laboratoire 1 a été exclu à cause d'une limite méthodologique qui ne permettait d'admettre que les valeurs inférieures à cette limite. L'ensemble des valeurs communiqué par le laboratoire 1 a été exclu parce que sa moyenne différait par un facteur supérieur à 2 de l'écart-type de la moyenne générale des différents résultats.

Pour MA-2a, l'ensemble des données obtenu par analyse pyrognostique et gravimétrie par le laboratoire 11 a été rejeté, parce qu'il donnait des signes de décalage significatif dans

Tableau 1 - Compositions chimiques approximatives de MA-1a, MA-2a et MA-3

Elément	poids %*		
	MA-1a	MA-2a	MA-3
Si	23,76	25,77	25,15
Al	6,60	7,49	7,22
K	3,56	2,82	3,05
Fe	5,10	3,29	3,85
Ca	4,20	2,92	3,31
Na	1,35	2,90	2,42
C (total)	1,01	0,65	0,76
S	1,24	0,26	0,56
LOI (900°C)	6,63	5,08	5,56
H_2O^- (110°C)	0,18	0,12	0,14
H_2O^+ (1000°C)	1,81	1,69	1,73
Ag (µg/g)	3,51	0,64	1,52
Au (µg/g)**	21,4	1,39	7,48

*Les valeurs pour MA-1a et MA-2a sont les moyennes des dosages en double. Les valeurs pour MA-3 sont calculées à partir des fractions de poids de MA-1a et MA-2a contenues.

**Valeurs recommandées.

Tableau 2 - Analyses granulométriques de MA-1a et MA-2a (tamisage par voie humide)

Dimension des fractions (µm)	Poids %	
	MA-1a	MA-2a
-104 + 74	1,28	1,20
-74 + 44	15,83	18,35
-44 + 37	9,17	9,52
-37	73,72	70,93

le biais méthodologique entre les dosages effectués sur deux jours. Ce décalage produisait une forte variance apparente intra-ensemble.

Pour MA-3 l'ensemble obtenu par analyse pyrognostique et spectrométrie d'absorption atomique par le laboratoire II a été exclu parce que sa moyenne différait par un facteur supérieur à 2 de l'écart-type de la moyenne générale des différents résultats.

ESTIMATION DES VALEURS RECONNUES ET DES LIMITES DE CONFIANCE DE 95 %

On s'est basé sur une analyse unilatérale de variance pour estimer la valeur admise et sa variance. Cette méthode considère les résultats du programme de certification décrit comme constituant seulement un résultat obtenu par échantillonnage d'un ensemble universel de résultats. Il a été supposé que les données analytiques s'ajustaient au modèle (7)

$$x_{ij} = \mu + y_i + e_{ij}$$

où x_{ij} = le j^e résultat dans l'ensemble i,
μ = la valeur vraie reconnue
y_i = la divergence entre la moyenne des résultats dans l'ensemble i ($\bar{x}_{i.}$) et μ,
et
e_{ij} = la divergence entre $\bar{x}_{ij}$ et x_i.

On a supposé que y_i et e_{ij} sont normalement distribués avec des moyennes de zéro et des variances de ω^2 et σ^2, respectivement. L'importance de ω^2 est détectée en comparant le rapport des carrés moyens interensembles et des carrés moyens intra-ensembles avec la valeur de F au seuil de confiance de 95 % et avec les degrés appropriés de liberté.

La valeur reconnue du modèle considéré est estimée par la moyenne générale $\bar{x}..$:

$$\bar{x}.. = \sum_i^k \sum_j^{n_i} x_{ij} \Big/ \sum_i^k n_i$$

où n_i = le nombre de résultats dans l'ensemble i et
k = le nombre d'ensembles.

La valeur de σ^2 est estimée par s_1^2 qui est donné par

$$s_1^2 = \sum_i^k \sum_j^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_{i.})^2 \Big/ \sum_i^k n_i - k$$

La valeur de ω^2 est estimée par

$$\omega^2 = (s_2^2 - s_1^2) \Big/ \frac{1}{k-1} \left(\sum_i^k n_i - \sum_i^k n_i^2 / \sum_i^k n_i \right)$$

où

$$s_2^2 = \sum_i^k n_i (\bar{x}_{i.} - \bar{x}..)^2 \Big/ (k-1)$$

La variance de la moyenne générale est obtenue par

$$V[\bar{x}..] = \left(\sum_i^k n_i^2 / (\sum_i^k n_i)^2 \right) \omega^2 + \left(1 / \sum_i^k n_i \right) \sigma^2$$

et les limites de confiance de 95 % pour $\bar{x}..$ sont

$$\bar{x}.. \pm t_{0,975,(k-1)} \sqrt{V[\bar{x}..]}$$

Il faut remarquer que les limites de confiance de 95 % indiquent que si le programme de certification était réalisé 100 fois, la moyenne globale serait dans 95 cas à l'intérieur des limites prévues.

L'écart-type moyen intra-ensemble, σ_A, constitue une mesure de la précision moyenne intra-flacon déterminée par les méthodes analytiques utilisées. Il est par conséquent possible qu'un laboratoire utilisant une méthode de reproductibilité moyenne ou supérieure obtiendrait des résultats individuels pour un élé-

ment certifié donné avec une précision qui serait au moins comparable à la valeur indiquée pour σ_A.

CRITÈRES DE CERTIFICATION

Le rapport de l'écart-type standard interlaboratoire à l'écart-type standard intralaboratoire σ_B/σ_A, où

$$\sigma_B = \sqrt{\sum_i^k (\bar{x}_i - \bar{x}..)^2 / (k - 1)}$$

constitue une mesure de la qualité des données de certification pour les matériaux de référence du PCMRC (8). La limite maximale acceptable pour σ_B/σ_A est 3 pour tous les éléments excepté l'uranium pour lequel une limite maximale de 2 est plus réaliste.

Le critère de certification d'un élément dans un matériau de référence est RP, qui est le pourcentage des ensembles de résultats qui doivent être rejetés pour donner une valeur de σ_B/σ_A égale ou inférieure à la limite supérieure acceptable. RP ne doit pas excéder 15 %.

Pour les ensembles acceptés, les valeurs obtenues pour σ_B/σ_A sont respectivement de 2,7, 1,1 et 1,7 pour MA-1a, MA-2a et MA-3. La valeur de RP est inférieure à 10 % dans chaque cas et par conséquent la qualité des données analytiques, c'est-à-dire le degré moyen, est considérée comme étant suffisante pour justifier la certification des valeurs recommandées pour l'or et les estimations de leur incertitude dans chaque cas.

DISCUSSION

Le tableau 6 contient le sommaire des méthodes et les valeurs moyennes obtenues pour chaque méthode de classification. Vingt-deux des vingt-quatre ensembles de résultats pour MA-1a et MA-3 (et vingt-et-un ensembles pour MA-2a) ont été obtenus en utilisant la méthode de préconcentration par analyses pyrognostiques; la classification est par conséquent déterminée en grande partie par la méthode finale. Trois laboratoires ont communiqué des ensembles de résultats obtenus par digestion dans l'acide suivie par extraction de l'or au solvant pour un dosage spectrométrique, et un laboratoire a communiqué des ensembles obtenus par analyse directe à l'aide d'un instrument d'activation neutronique.

Aucune généralisation relative aux biais relatifs ou aux précisions des méthodes classifiées ne semble être justifiée par l'étude des données disponibles. Le nombre de laboratoires qui ont communiqué des résultats obtenus par d'autres méthodes de préconcentration que l'analyse pyrognostique est trop limité pour justifier des comparaisons. Les laboratoires 6 et 11 toutefois, ont fourni des ensembles de données obtenues par analyse pyrognostique et extraction au solvant. Le laboratoire 6 a obtenu une concordance acceptable entre les méthodes alors que le laboratoire 11 a obtenu un biais relatif faible pour l'ensemble des données obtenues par extraction au solvant.

Pour les plus nombreux ensembles de données utilisant la préconcentration par analyse pyrognostique et soit la gravimétrie, soit la spectrométrie, les biais relatifs semblent ne pas être significatifs en ce qui concerne les estimations de l'incertitude associée pour les valeurs comparées.

Les distributions des valeurs moyennes des ensembles par rapport aux valeurs moyennes reconnues pour les trois minerais d'or de référence sont comparées dans la figure 1. Les histogrammes des distributions des résultats sont indiqués dans les figures 2 à 4. Les intervalles de confiance pour les moyennes des ensembles chevauchent les intervalles de confiance pour les valeurs recommandées (moyenne générale) pour 20 des 22 ensembles acceptés pour MA-1a, 21 des 23 ensembles acceptés pour MA-2a et 18 des 23 ensembles acceptés pour MA-3. Le degré moyen doit par conséquent être considéré comme étant excellent pour chaque matériau.

Tableau 3 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-1a*

N^{bre} de laboratoires		17	
N^{bre} d'ensembles		22	
N^{bre} de résultats		115	
Moyenne	21,4 µg/g		0,624 once/tonne
Limites de confiance 95 %			
faible	21,0 µg/g		0,613 once/tonne
forte	21,8 µg/g		0,635 once/tonne
σ_A	0,54 µg/g		0,016 once/tonne
σ, ou S_{rc}	0,635 µg/g		
ω, ou S_{Lc}	0,792 µg/g		

*σ_A, σ et ω sont respectivement l'écart-type moyen intra-ensemble et interensemble et les composants interensembles de l'analyse de variance.

Tableau 4 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-2a*

N^{bre} de laboratoires		18	
N^{bre} d'ensembles		23	
N^{bre} de résultats		120	
Moyenne	1,39 µg/g		0,0404 once/tonne
Limites de confiance 95 %			
faible	1,35 µg/g		0,0394 once/tonne
forte	1,42 µg/g		0,0414 once/tonne
σ_A	0,078 µg/g		0,0023 once/tonne
σ, ou S_{rc}	0,0816 µg/g		
ω, ou S_{Lc}	0,0732 µg/g		

*σ_A, σ et ω sont respectivement l'écart-type moyen intra-ensemble et interensemble et les composants interensembles de l'analyse de variance.

Tableau 5 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques connexes pour l'or dans MA-3*

N^{bre} de laboratoires		18	
N^{bre} d'ensembles		23	
N^{bre} de résultats		119	
Moyenne	7,49 µg/g		0,218 once/tonne
Limites de confiance 95 %			
faible	7,31 µg/g		0,213 once/tonne
forte	7,68 µg/g		0,224 once/tonne
σ_A	0,25 µg/g		0,0074 once/tonne
σ, ou S_{rc}	0,287 µg/g		
ω, ou S_{Lc}	0,393 µg/g		

*σ_A, σ et ω sont respectivement l'écart-type moyen intra-ensemble et interensemble et les composants interensembles de l'analyse de variance.

Comme il pouvait être prévu, les intervalles de confiance relative de 95 % pour les valeurs recommandées augmentent à mesure que la teneur en or diminue et sont de ±1,8 %, ±2,4 %, et ±2,6 % respectivement pour MA-1a, MA-3 et MA-2a. La valeur recommandée pour MA-3 obtenue par la moyenne interlaboratoire, c'est-à-dire 7,49 ± 0,19 µg/g, concorde très bien avec la valeur prévue d'après le rapport de dilution de MA-1a à MA-2a employé dans sa synthèse et les valeurs respectives qu'ils ont recommandées, c'est-à-dire 7,53 ± 0.12 µg/g, où les estimations de l'incertitude sont au niveau de confiance de 95 %.

D'après la figure 1, il est évident que la précision est généralement plus forte (intra-ensemble et interensemble) avec la méthode gravimétrique finale employée pour les dosages de MA-1a dans ce projet. Toutefois, cet avantage disparaît apparemment aux teneurs en or plus faibles de MA-2a et MA-3, où les précisions obtenues par différentes méthodes semblent comparables. En fait, la méthode gravimétrique finale a été abandonnée et remplacée par la spectrométrie d'absorption atomique finale par trois laboratoires (2, 16 et 18) pour les dosages de l'or dans les matériaux à teneur en or plus faible.

On a récemment proposé des tests statistiques pour l'évaluation de l'exactitude (c'est-à-dire du biais) et de la précision d'une méthode analytique en relation avec un matériau homologué de référence approprié (9). L'application de ces tests pour faire une évaluation de la méthodologie du dosage de l'or en utilisant MA-1a, MA-2a ou MA-3 exige de connaître les valeurs de S_{LC} et S_{rc} qui sont respectivement les composants inter et intra-ensemble de la variance des résultats moyens; ces valeurs sont par conséquent incluses dans les tableaux 3 à 5.

Pour illustrer l'application de ces tests, considérons les données du laboratoire 1 pour MA-3 extraites du tableau 9. La moyenne ($\bar{x}$) est 6,544 et l'écart-type (S_w) des cinq différents dosages (n) est 0,186. Le rapport $(S_w/S_{rc})^2$ est de 0,42 et, puisque cette valeur est inférieure à la valeur de la statistique F au niveau de signification de 5 % pour les valeurs appropriées de 4 et 96 degrés de liberté pour respectivement S_w et S_{rc}, la précision de la méthode est considérée comme étant acceptable par comparaison aux précisions des résultats moyens obtenus. Toutefois, la valeur de $|\bar{x}$ - (valeur recommandée pour MA-3)| est de 0,95, ce qui excède deux fois la valeur de S_{LC} pour MA-3 (0,78); par conséquent, la méthode de dosage de l'or appliquée par le laboratoire 1 est apparemment biaisée significativement par rapport aux méthodes utilisées pour obtenir les résultats moyens. Il peut être conclu qu'il est souhaitable que cette méthodologie soit l'objet d'autres investigations.

Il est souligné que cet exemple ne fait qu'illustrer l'application de ce test. Cet exemple est défectueux en ce qui concerne la conception du test proposé puisque n, le nombre de dosages individuels, est recommandé comme égalant dix au minimum. Le test pour le biais n'est valide qu'expérimentalement lorsque l'imprécision de x est négligeable par rapport à la valeur de S_{LC}; ceci peut être vérifié en rendant n suffisamment grand puisque $S_{\bar{x}}$ est estimé par $S_x/\sqrt{n}$. Il est remarquable qu'un nombre relativement petit d'ensembles qui, selon le test, sont biaisés de façon "inacceptable" dans l'expérience ci-dessus, seraient considérés comme étant acceptables et pouvant être inclus pour calculer les résultats moyens. Il est prévu qu'une petite fraction des moyennes des ensembles est inférieure à deux fois S_{LC} puisqu'il est supposé que les déviations intra et interensembles sont distribuées aléatoirement. Le rejet de ces ensembles peut par conséquent ne pas être justifié par les tests statistiques des écarts aberrants. Leur rejet arbitraire diminuerait naturellement les valeurs calculées de S_{LC} qui ne correspondraient pas à la technologie analytique la plus récente utilisée par les participants au projet.

Tableau 6 - Méthodologie analytique et valeurs moyennes de l'or obtenues par chaque méthode (voir les résultats calculés pour les masses des échantillons)

Méthode	Sommaire	Laboratoires	Moyenne, µg/g (Nbre de résultats acceptés MA-1a	MA-2a	MA-3
Analyse pyrognostique/ gravimétrie (AP-G)	Le premier bouton obtenu par fusion pour l'analyse pyrognostique "classique" a été coupellé à 900-1000°C. Les additions de solutions contenant des quantités connues d'argent variaient selon le laboratoire. L'argent dans la perle de métal précieux produite était dissous dans l'acide nitrique et les particules sphériques d'or résiduaire étaient pesées.	2, 6, 7, 11, 12, 14, 16, 18.	21,34 (45)	1,377 (25)	7,451 (39)
Analyse pyrognostique/ spectrométrie d'absorption atomique (AP-AA)	La perle de métal précieux obtenue par l'analyse pyrognostique était traitée par les acides nitrique et chlorhydrique. L'or était extrait volumétriquement dans de l'acide chlorhydrique dilué pour le dosage par absorption atomique.	1, 2, 4, 5, 14, 15, 17, 18	21,74 (25)	1,423 (40)	7,628 (35)
	Le premier bouton scorifié était traité par l'acide nitrique à 25 % et le diéthylène triamine et la solution acide était filtrée laissant l'or dans le précipitat. L'or était digéré dans de l'eau régale et extrait volumétriquement dans une solution d'acide chlorhydrique avant d'être dosé par absorption atomique.	13	21,32 (5)	1,200 (5)	7,578 (5)

Tableau 6 - (suite)

Méthode	Sommaire	Laboratoires	Moyenne, µg/g (Nbre de résultats acceptés) MA-1a	MA-2a	MA-3
Digestion dans l'acide/ spectrométrie d'absorption atomique (DA-AA)	5,8 g d'échantillon étaient digérés dans 36 ml d'acides nitrique, chlorhydrique et fluorhydrique (20:15:1) et la solution réduite à 25 ml par chauffage. La solution était filtrée et diluée à 100 ml. L'or était extrait dans 15 ml de MIBC pour le dosage par absorption atomique.	11		1,322 (5)	
	L'échantillon était digéré dans de l'eau régale, filtré et dilué à 100 ml. L'or était extrait dans 15 ml de MIBC et dosé par absorption atomique.	6, 16	21,51 (5)	1,317 (10)	7,067 (5)
Analyse pyrognostique/ spectrométrie d'émission de plasma (AP-CD;AP-Ci)	La perle de métal précieux était digérée dans de l'eau régale et les solutés extraits volumétriquement dans de l'acide chlorhydrique dilué avant d'être aspirés dans un courant direct ou coupellés par induction pour être dosés.	3, 8, 9, 10	21,42 (20)	1,397 (20)	7,502 (20)
Analyse pyrognostique/ activation neutronique (AP-AN)	La perle de métal précieux (argent) était irradiée et l'or dosé par spectrométrie gamma à haute résolution. Étalonnage avec des perles d'argent irradiées contenant des parties aliquotes connues d'or.	10, 17	20,43 (10)	1,402 (10)	7,235 (10)
Analyse du minerai à l'aide d'un instrument d'activation neutronique (AN)	Trente grammes des échantillons de minerai étaient irradiés et l'or était dosé par spectrométrie gamma à haute résolution.	10	21,89 (5)	1,436 (5)	7,715 (5)

Tableau 7 - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types par laboratoire pour l'or dans MA-1a

Laboratoire	Méthode	Poids de l'échantillon (g)	Résultats - Au, ug/g					moyenne	É.-T.
Laboratoire 1	(AP-AA)*	29,2	18,49	18,15	18,15	17,81	18,15	18,150	0,240
Laboratoire 2	(AP-G)	14,58	20,57	20,50	20,57	20,43	20,64	20,542	0,080
Laboratoire 3	(AP-CD)	14,58	22,97	21,60	22,97	22,28	22,97	22,558	0,613
Laboratoire 4	(AP-AA)	15,0	21,7	22,2	22,1	21,9	21,6	21,900	0,255
Laboratoire 5	(AP-AA)	30,0	22,8	24,5	22,1	22,3	22,0	22,740	1,031
Laboratoire 6	(AP-G)	14,58	20,602	21,288	21,494	21,288	21,391	21,213	0,352
Laboratoire 6	(DA-AA)	10,0	21,768	22,213	22,179	21,219	20,191	21,514	0,842
Laboratoire 7	(AP-G)	10,0	21,8	21,9	21,3	21,9	22,0	21,780	0,278
Laboratoire 8	(AP-CD)	30,0	20,2	21,4	21,7	20,9	21,5	21,140	0,604
Laboratoire 9	(AP-CI)	2,9	23,4	21,2	24,2	23,3	21,7	22,760	1,258
Laboratoire 10	(AN)	30,0	22,347	21,629	21,810	21,925	21,765	21,895	0,274
Laboratoire 10	(AP-AN)	30,0	18,0	21,5	19,5	21,5	21,5	20,400	1,597
Laboratoire 10	(AP-CD)	30,0	19,0	19,0	20,0	19,0	19,0	19,200	0,447
Laboratoire 11	(AP-G)	14,58	22,01	22,15	22,29				
		29,166				21,26	21,26	21,794	0,497
Laboratoire 11	(DA-AA)*	5,83	>17,14	>17,14	>17,14	16,90	16,90	17,044	0,132
Laboratoire 12	(AP-G)	25,0	21,56	21,71	21,46	21,70	21,45	21,517	0,122
			21,39	21,41	21,38	21,51	21,60		
Laboratoire 13	(AP-AA)		21,20	21,87	21,33	21,33	20,87	21,320	0,360
Laboratoire 14	(AP-G)	20,0	20,85	21,55	21,30	21,55	21,70	21,390	0,334
Laboratoire 14	(AP-AA)	10,0	21,00	21,90	23,00	23,00	22,10	22,200	0,840
Laboratoire 15	(AP-AA)	10,0	21,30	21,70	22,20	21,30	21,30	21,560	0,398
Laboratoire 16	(AP-G)	15,0	20,8	20,8	20,9	21,1	21,1	20,940	0,152
Laboratoire 17	(AP-AN)	10,0	20,400	19,984	20,428	21,301	20,213	20,465	0,500
Laboratoire 17	(AP-AA)	10,0	20,00	21,20	19,60	20,40	20,40	20,320	0,593
Laboratoire 18	(AP-G)	14,58	21,74	21,19	21,60	21,67	20,78	21,396	0,405

*Groupes de valeurs aberrantes

Tableau 8 - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types par laboratoire pour l'or dans MA-2a

Laboratoire	Méthode	Poids de l'échantillon (g)	Résultats - Au, ug/g					moyenne	É.-T.
Laboratoire 1	(AP-AA)	29,2	1,35	1,25	1,27	1,37	1,25	1,298	0,058
Laboratoire 2	(AP-AA)	29,17	1,47	1,47	1,44	1,44	1,61	1,486	0,071
Laboratoire 3	(AP-CD)	14,58	1,41	1,23	1,37	1,30	1,47	1,356	0,094
Laboratoire 4	(AP-AA)	15,0	1,37	1,35	1,43	1,44	1,51	1,420	0,063
Laboratoire 5	(AP-AA)	30,0	1,52	1,58	1,50	1,40	1,51	1,502	0,065
Laboratoire 6	(AP-G)	14,58	1,303	1,508	1,234	1,234	1,234	1,303	0,119
Laboratoire 6	(DA-AA)	10,0	1,200	1,200	1,303	1,303	1,405	1,282	0,086
Laboratoire 7	(AP-G)	50,0	1,44	1,42	1,30	1,38	1,36	1,380	0,055
Laboratoire 8	(AP-CD)	30,0	1,56	1,45	1,53	1,35	1,36	1,450	0,096
Laboratoire 9	(AP-Cl)	14,6	1,52	1,33	1,54	1,36	1,56	1,462	0,108
Laboratoire 10	(AN)	30,0	1,440	1,374	1,396	1,488	1,481	1,436	0,051
Laboratoire 10	(AP-AN)	30,0	1,50	1,30	1,20	1,40	1,20	1,320	0,130
Laboratoire 10	(AP-CD)	30,0	1,30	1,30	1,30	1,40	1,30	1,320	0,045
Laboratoire 11	(AP-G)	14,58	1,85	1,92	1,85				
		29,17				1,03	1,03	1,536	0,463
Laboratoire 11	(DA-AA)*	5,83	1,37	1,27	1,30	1,30	1,37	1,322	0,046
Laboratoire 12	(AP-G)	80,0	1,537	1,447	1,458	1,393	1,400	1,448	0,072
			1,465	1,311	1,411	1,541	1,516		
Laboratoire 13	(AP-AA)		1,20	1,10	1,27	1,18	1,25	1,200	0,067
Laboratoire 14	(AP-G)	30,0	1,30	1,30	1,40	1,30	1,23	1,306	0,061
Laboratoire 14	(AP-AA)	30,0	1,37	1,47	1,33	1,38	1,28	1,366	0,070
Laboratoire 15	(AP-AA)	10,0	1,45	1,32	1,46	1,42	1,55	1,440	0,083
Laboratoire 16	(DA-AA)	6,0	1.27	1,30	1,37	1,41	1,41	1,352	0,064
Laboratoire 17	(AP-AN)	10,0	1,351	1,664	1,604	1,463	1,339	1,484	0,147
Laboratoire 17	(AP-AA)	10,0	1,60	1,40	1,50	1,50	1,50	1,500	0,071
Laboratoire 18	(AP-AA)	29,16	1,37	1,47	1,37	1,37	1,27	1,370	0,071

*Groupes de valeurs aberrantes

Tableau 9 - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types par laboratoire pour l'or dans MA-3

Laboratoire	Méthode	Poids de l'échantillon (g)	Résultats - Au, ug/g					moyenne	É.-T.
Laboratoire 1	(AP-AA)	29,2	6,34	6,68	6,68	6,68	6,34	6,544	0,186
Laboratoire 2	(AP-AA)	14,58	7,68	8,23	8.23	8,16	8,37	8,134	0,265
Laboratoire 3	(AP-CD)	14,58	7,54	7,88	7,54	7,54	7,19	7,538	0,244
Laboratoire 4	(AP-AA)	15,0	7,75	7,57	7,68	7,72	7,60	7,664	0,077
Laboratoire 5	(AP-AA)	30,0	8,20	8,60	8,50	8,60	8,80	8,540	0,219
Laboratoire 6	(AP-G)	14,58	7,404	8,776**	7,199	7,404	7,130	7,583	0,678
Laboratoire 6	(DA-AA)	10,0	7,370	6,882	6,890	6,993	7,199	7,067	0,212
Laboratoire 7	(AP-G)	30,0	7,23	7,77	7,63	7,83	7,80	7,652	0,248
Laboratoire 8	(AP-CD)	30,0	7,75	7,60	7,42	8,09	7,45	7,662	0,273
Laboratoire 9	(AP-Cl)	7,3	7,96	7,13	8,61	8,09	7,75	7,908	0,538
Laboratoire 10	(AN)	30,0	7,462	7,636	7,734	8,146	7,598	7,715	0,260
Laboratoire 10	(AP-AN)	30,0	6,00	7,30	7,10	7,90	6,80	7,020	0,698
Laboratoire 10	(AP-CD)	30,0	6,90	6,80	7,20	6,80	6,80	6,900	0,173
Laboratoire 11	(AP-G)	14,58	7,89	7,95	7,75				
		29,17				6,86	6,86	7,462	0,554
Laboratoire 11	(DA-AA)*	5,83	7,10	6,58	5,83	6,07	5,90	6,296	0,537
Laboratoire 12	(AP-G)	40,0	7,475	7,267	7,630	7,432	7,555	7,552	0,166
			7,515	7,917	7,562	7,542	7,627		
Laboratoire 13	(AP-AA)		7,89	7,43	7,39	7,50	7,68	7,578	0,185
Laboratoire 14	(AP-G)	20,0	7,85	7,30	7,55	8,05	7,65	7,680	0,286
Laboratoire 14	(AP-AA)	10,0	7,85	7,50	7,03	7,22	7,43	7,406	0,309
Laboratoire 15	(AP-AA)	10,0	7,85	7,60	7,60	7,98	7,50	7,706	0,200
Laboratoire 16	(AP-G)	15,0	7.2	7,3	7,4	7,5	7,5	7,380	0,130
Laboratoire 17	(AP-AN)	10,0	7,475	7,613	7,369	7,422	7,374	7,451	0,100
Laboratoire 17	(AP-AA)	10,0	7,60	7,20	7,40	7,30	7,50	7,400	0,158
Laboratoire 18	(AP-G)	14,58	7,06	7,13	7,06	6,93	6,86	7,008	0,110

*Groupes de valeurs aberrantes

**Valeur aberrante

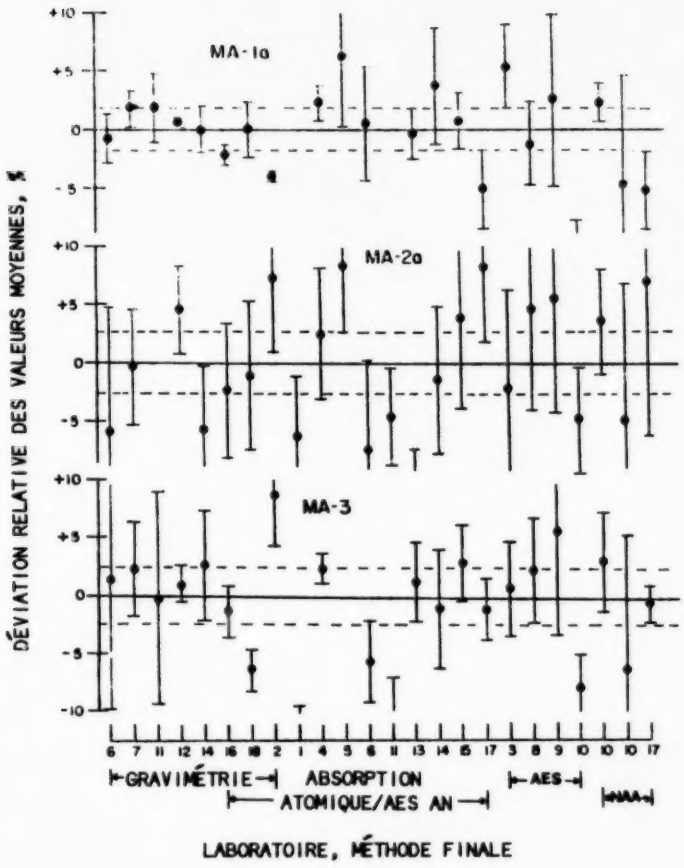


Fig. 1 - Déviations des valeurs moyennes des ensembles par rapport à toutes les moyennes. Les barres sont les estimations des intervalles de confiance de 95 % des moyennes des ensembles. Les lignes tiretées sont les estimations des intervalles de confiance de 95 % pour les reproductibilités de toutes les moyennes.

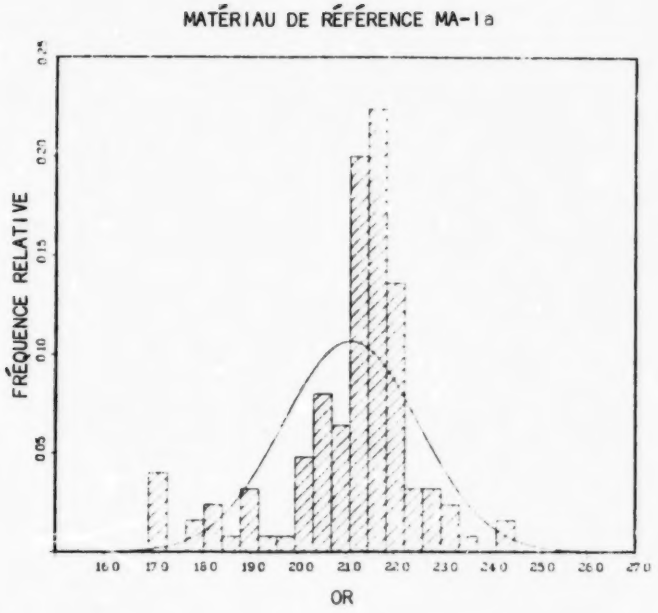


Fig. 2 - Histogramme des résultats pour l'or dans MA-1a.

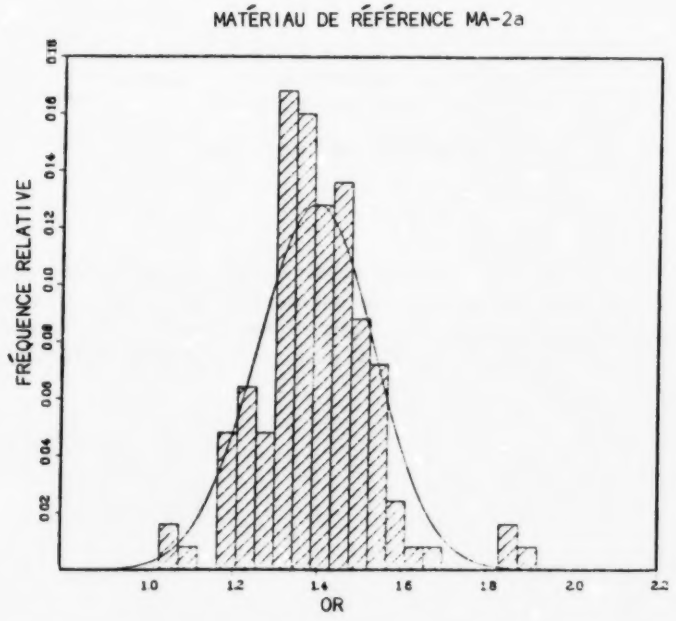


Fig. 3 - Histogramme des résultats pour l'or dans MA-2a.

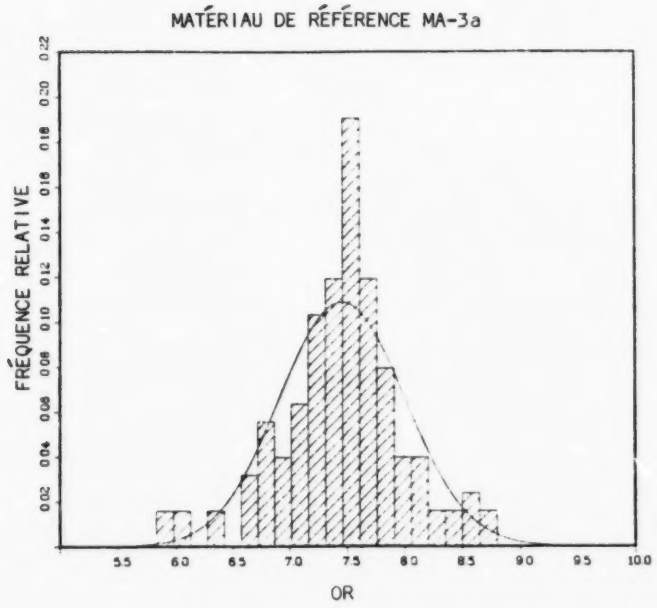


Fig. 4 - Histogramme des résultats pour l'or dans MA-3.

CONCLUSION

Les matériaux de référence MA-1a, MA-2a et MA-3 répondent aux critères du PCMRC pour la certification de leurs teneurs en or, comme l'indiquent les tableaux 3 à 5. Les certificats appropriés seront disponibles avec ces matériaux chez le PCMRC.

Les matériaux MA-1a et MA-2a ont été préparés pour remplacer le stock des minerais d'or de référence certifiés MA-1 et MA-2 bien connus. Ils contiennent des teneurs en or et des matrices semblables à celles de ces derniers matériaux parce qu'ils ont été préparés à partir d'un matériau provenant de la même mine. Le matériau MA-3 a été préparé en réponse aux fréquentes demandes de minerai d'or de référence certifié à teneur intermédiaire.

Ces matériaux conviennent pour l'évaluation des méthodes de dosage de l'or dans des matrices siliceuses similaires à des teneurs semblables pour l'essai des méthodes et l'assurance de la qualité.

REMERCIEMENTS

Nous remercions avec reconnaissance la Division Macassa de Lac Minerals Ltd. et particulièrement M. Len Robinson, surintendant d'usine, qui nous a beaucoup aidés en fournissant les minerais utilisés pour MA-1a, MA-2a et MA-3.

De plus, plusieurs membres des Laboratoires des sciences minérales nous ont apporté des contributions majeures. M. D.C. Harris, antérieurement de la Section de minéralogie du Laboratoire de traitement des minéraux a effectué l'étude minéralogique du minerai de Macassa. Le personnel du Laboratoire de chimie a fourni les résultats des analyses des matériaux de composition (R.R. Craig et R.S. Kobus) ainsi que ceux de l'évaluation de l'homogénéité des minerais de référence (J.C. Cloutier et P.E. Moloughney) et effectué la préparation des matériaux (P. Westra et D.G. McIntosh). Le Dr R. Sutarno de la Section de chimie physique du Laboratoire de métallurgie extractive a fourni des avis relativement à l'analyse statistique des données de l'évaluation de l'homogénéité et à la méthodologie proposée pour utiliser les matériaux de référence.

BIBLIOGRAPHIE

1. Steger, H.F. "Matériaux de référence"; Rapport CANMET 84-14F; CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1985.

2. Faye, G.H.; Bowman, W.S.; and Sutarno, R. "Gold ore, MA-1; its characteristics and preparation for use as a certified reference material"; Division Report MRP/MSL 75-29(IR); CANMET, Energy, Mines and Resources Canada; 1975.

3. Steger, H.F., and Bowman, W.S. "MA-2: A certified gold reference ore"; CANMET Report 81-13E; CANMET, Energy, Mines and Resources Canada; 1981.

4. Ward, W.G. "Macassa Gold Mines Limited"; Can Inst Min Metall, Centennial Field Excursion of Northwestern Quebec and Northern Ontario, Guide Book; p. 85; 1967.

5. Lovell, H.L. "Geology and mineral deposits of the Kirkland Lake-Larder Lake mining area of Northeastern Ontario"; ibid, p. 72; 1967.

6. Weast, R.C.; Selby, S.M.; and Hodgman, C.D., Editors. Handbook of Chemistry and Physics, 45th edition; Chemical Rubber Company; Cleveland; 1964.

7. Brownlee, K.A. Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering; John Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.

8. Steger, H.F. "A re-assessment of the criteria for certifiability in CCRMP"; Geostandards Newsletter 6:1:17-23; 1982.

9. Sutarno, R., and Steger, H.F. "The use of certified reference materials in the verification of analytical data and methods"; Talanta 32:6:439-445; 1985.

ANNEXE A

ÉVALUATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ DE L'OR DANS MA-1a, MA-2a et MA-3

ÉVALUATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ DE L'OR DANS MA-1a, MA-2a et MA-3

Les matériaux MA-1a, MA-2a et MA-3 ont été dosés pour avoir la preuve statistique d'une distribution non homogène de l'or entre les flacons. Quinze flacons de chaque matériau ont été sélectionnés selon la procédure suivante pour que l'or contenu soit dosé en triple. Le stock de flacons numérotés séquentiellement a été divisé en quinze unités de dimension égale. Le numéro de code du premier flacon sélectionné a été choisi au hasard dans la première unité. Le numéro de code du flacon tiré de chaque unité successive a été le numéro de code précédent auquel le nombre de flacons par unité a été ajouté. Dans le cas de MA-3, l'homogénéité a été évaluée par deux laboratoires qui ont utilisé des flacons numérotés par des séquences de numéros de code adjacents.

Les étapes de la préparation et des mesures des 45 dosages d'or nécessaires pour chaque observation de l'homogénéité ont été faites dans un ordre aléatoire, pour éviter la distribution préférentielle de toutes les variances temporelles de la méthodologie dans les composants inter ou intraflacons de la variance.

Les évaluations de l'homogénéité de l'or dans MA-1a et MA-3 ont été faites par la Section des minerais et de l'analyse pyrognostique du Laboratoire de chimie des Laboratoires des sciences minérales, CANMET, qui a utilisé les méthodes de dosage par préconcentration par analyses pyrognostiques et spectrométrie d'absorption atomique sur des échantillons de 29 g (A1). Les évaluations de l'homogénéité de l'or dans MA-2a et MA-3 ont été faites par le laboratoire 17 qui a utilisé deux procédures indépendantes: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique et analyse pyrognostique/activation neutronique. Des échantillons de 10 g ont été dosés dans le cas de MA-2a et de 14,5 g dans le cas de MA-3.

Une analyse unilatérale de la technique de variance a été utilisée pour évaluer l'homogénéité (7). Le rapport des carrés moyens interflacons aux carrés moyens intraflacons est comparé à la statistique F à la probabilité de confiance de 95 %. Dans toutes les évaluations, l'hypothèse zéro c'est-à-dire d'aucune différence dans la teneur en or interflacon a été acceptée. Les données des évaluations et les analyses de variance sont présentées dans les tableaux A10 à A15.

BIBLIOGRAPHIE

A1. Moloughney, P.E. "An abbreviated fire-assay atomic-absorption method for the determination of gold and silver in ores and concentrates"; Talanta 24:135-137; 1977.

Tableau A10 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-1a par CANMET: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique (A1)

Flacon	Au µg/g			
	Individuelle			Moyenne
8	21,20	20,87	21,33	21,13
90	21,33	20,67	21,67	21,22
172	21,33	20,67	21,27	21,09
254	21,20	21,53	21,33	21,35
336	21,67	21,33	21,87	21,62
418	21,00	21,33	21,53	21,29
500	21,33	21,07	22,40	21,60
582	21,20	21,33	20,67	21,07
664	21,33	20,67	21,00	21,00
746	21,33	21,20	20,80	21,11
828	21,67	21,33	21,87	21,62
910	21,33	21,20	21,33	21,29
992	21,33	21,00	21,47	21,27
1074	22,67	20,80	21,87	21,78
1156	20,80	21,40	21,66	21,29

Moyenne générale: 21,315

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	0,169018
Intraflacons	30	0,175956
Total	44	

Statistique F calculée: 0,961
Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

Tableau A11 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-2a par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/activation neutronique

Flacon	Au µg/g			
	Individuelle			Moyenne
12	1,289	1,527	1,940	1,585
35	1,500	1,355	1,258	1,371
58	1,332	1,432	1,544	1,436
81	1,355	1,303	1,533	1,397
104	1,297	1,451	1,617	1,455
127	1,738	1,573	1,400	1,570
150	1,516	1,305	1,541	1,454
173	1,286	1,358	1,636	1,427
196	1,353	1,352	1,480	1,395
219	1,425	1,183	1,627	1,412
242	1,415	1,649	1,906	1,657
265	1,552	1,358	1,767	1,559
288	1,648	1,562	1,395	1,535
311	1,412	1,412	1,710	1,511
334	1,360	1,508	1,439	1,456

Moyenne générale: 1,4813

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	$2,100564 \times 10^{-2}$
Intraflacons	30	$3,123069 \times 10^{-2}$
Total	44	

Statistique F calculée: 0,673

Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

Tableau A12 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-2a par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique

Flacon	Au µg/g			
	Individuelle			Moyenne
12	1,30	1,50	1,30	1,37
35	1,30	1,40	1,50	1,40
58	1,70	1,30	1,30	1,43
81	1,40	1,40	1,40	1,40
104	1,40	1,50	1,30	1,40
127	1,30	1,50	1,30	1,37
150	1,40	1,40	1,30	1,37
173	1,40	1,20	1,20	1,27
196	1,60	1,30	1,30	1,40
219	1,40	1,40	1,30	1,37
242	1,30	1,40	1,30	1,33
265	1,60	1,70	1,40	1,57
288	1,50	1,30	1,30	1,37
311	1,60	1,50	1,30	1,47
334	1,50	1,30	1,60	1,47

Moyenne générale: 1,398

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	$1,403 \times 10^{-2}$
Intraflacons	30	$1,578 \times 10^{-2}$
Total	44	

Statistique F calculée: 0,90

Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

Tableau AI3 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par CANMET: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique (AI)

Flacon	Au µg/g			
	Individuelle			Moyenne
26	7,51	7,83	7,89	7,743
86	7,43	7,93	7,59	7,650
146	7,33	7,87	7,43	7,543
206	7,27	7,45	7,45	7,390
266	7,47	8,10	7,42	7,663
326	8,37	7,77	7,49	7,877
386	7,72	7,30	7,73	7,583
446	7,54	7,41	7,53	7,493
506	7,39	7,36	7,71	7,487
566	7,51	7,46	7,82	7,597
626	7,45	7,39	7,52	7,453
686	7,65	7,30	7,46	7,470
746	7,77	7,50	7,79	7,687
806	7,59	7,68	7,54	7,603
866	7,87	7,44	7,37	7,560

Moyenne générale: 7,587

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	$4,7205 \times 10^{-2}$
Intraflacons	30	$5,5111 \times 10^{-2}$
Total	44	

Statistique F calculée: 0,90

Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

Tableau AI4 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par le Laboratoire I7: analyse pyrognostique/gravimétrie

Flacon	Au µg/g*			
	Individuelle			Moyenne
28	7,54	6,93	7,06	7,18
88	7,75	7,54	7,34	7,54
148	7,54	7,61	6,86	7,34
208	7,75	7,82	7,20	7,59
268	7,89	7,27	7,82	7,66
328	7,13	7,34	7,68	7,38
388	7,20	7,68	7,89	7,59
448	7,75	7,06	7,82	7,54
508	7,47	6,79	7,47	7,24
568	7,41	8,09	7,82	7,72
628	7,54	7,27	7,68	7,50
687	7,68	7,20	8,09	7,66
748	7,27	7,75	7,54	7,52
808	7,20	8,16	7,75	7,70
868	7,61	7,47	7,89	7,66

Moyenne générale: 7,526

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	$2,5548 \times 10^{-3}$
Intraflacons	30	$3,4560 \times 10^{-3}$
Total	44	

Statistique F calculée: 0,739

Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

*Convertis d'après les données présentées en once/T.

Tableau A15 - Évaluation de l'homogénéité de l'or dans MA-3 par le Laboratoire 17: analyse pyrognostique/spectrométrie d'absorption atomique

	Au µg/g*			
Flacon	Individuelle			Moyenne
28	7,41	7,82	7,82	7,68
88	7,95	6,99	7,95	7,64
148	7,54	7,41	6,99	7,31
208	7,27	7,41	7,82	7,50
268	7,54	7,41	6,99	7,31
328	7,27	7,13	7,54	7,31
388	7,41	7,13	7,68	7,41
448	7,68	6,99	7,13	7,27
508	7,95	7,82	7,68	7,82
568	6,86	7,82	7,41	7,36
628	7,41	7,54	7,41	7,45
687	8,09	7,41	8,37	7,95
748	7,68	7,41	6,99	7,36
808	7,27	7,82	7,41	7,50
868	7,82	7,95	7,41	7,72

Moyenne générale: 7,505

Analyse du tableau des variances pour l'or

Source de variation	Degrés de liberté	Carré moyen
Interflacons	14	$3,8452 \times 10^{-3}$
Intraflacons	30	$3,1939 \times 10^{-3}$
Total	44	

Statistique F calculée: 1,204
Valeur critique, $F_{0,95}$ (14,30): 2,037

L'hypothèse nulle d'aucune différence interflacon est acceptée.

*Convertis d'après les données présentées en once/T.

ANNEXE B

LABORATOIRES PARTICIPANTS

LABORATOIRES PARTICIPANTS

Atlantic Analytical Services Ltd.
Saint-Jean (Nouveau-Brunswick)
C.D. Raymond

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Vancouver Nord (Colombie-Britannique)
R.K. Rogers

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Ottawa (Ontario)
P. Haulena

CANMET, Laboratoires des sciences minérales
Énergie, Mines et Ressources Canada
Ottawa (Ontario)

Chemex Labs Ltd.
Vancouver Nord (Colombie-Britannique)
B.L. Twaites

Dome Mines Ltd.
Assay Office
South Porcupine (Ontario)
W. Clifford

Hudson Bay Mining and Smelting
Company Ltd.
Flin Flon (Manitoba)
D. Allen

Inco Ltd.
Analytical Services, Process Technology
Copper Cliff (Ontario)
J. Bozic et E. Pauluskas

Inco Ltd.
J. Roy Gordon Research Laboratory
Sheridan Park (Ontario)
V.J. Zatka

Kamloops Research and Assay
Laboratory Ltd.
Kamloops (Colombie-Britannique)
D.A. Blundell

Kidd Creek Mines Ltd.
Metallurgical Site
Timmins (Ontario)
L.C. Green

Lakefield Research Division of
Falconbridge Ltd.
Lakefield (Ontario)
A.E. Carr

Mines Noranda Ltée
Division Horne
Noranda (Québec)
M. Bédard

Ministère des affaires du Nord et des mines
(Ontario)
Laboratoires des sciences de la terre
Toronto (Ontario)
C. Riddle

MINTEK, Council for Mineral Technology
Randburg (Afrique du Sud)
E.J. Ring

Nuclear Activation Services Ltd.
Hamilton (Ontario)
E.L. Hoffman

Pamour Porcupine Mines Ltd.
Timmins (Ontario)
D.J. Firlotte

X-Ray Assay Laboratories Ltd.
Don Mills (Ontario)
J.H. Opdebeeck